

CLIPPEDIMAGE= JP352066488A
PAT-NO: JP352066488A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 52066488 A
TITLE: MASS SPECTROMETER DIRECTLY CONNECTED WITH GAS
CHROMATOGRAPHY

PUBN-DATE: June 1, 1977

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

IKEBE, YOSHINORI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

HITACHI LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP50141629

APPL-DATE: November 28, 1975

INT-CL_(IPC): G01N027/62; H01J039/34 ; G01N031/08

US-CL-CURRENT: 250/288

ABSTRACT:

PURPOSE: To prevent the vacuum lowering of mass spectrometer side, at the time of removing column adaptor and to enable the exchange of capillary column, by equipping capillary part, acting as a restrictor, as the connecting part of gas chromatography and mass spectrometer.

COPYRIGHT: (C)1977, JPO&Japio



① 日本国特許庁

公開特許公報

特 許 願 16

昭和 50 年 11 月 28 日

特許庁長官 殿

発 明 の 名 称 ガスクロマトグラフ直結質量分析計

発 明 者

住 所 茨城県勝田市市毛 8 2 番地
株式会社 日立製作所 那珂工場内
氏 名 池 辺 義 紀

特 許 出 願 人

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号
名 称 (510) 株式会社 日 立 製 作 所
代 表 者 吉 山 博 吉

代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目 5 番 1 号
株式会社 日 立 製 作 所 内
電 話 東京 270-2111 (大代表)
氏 名 (6189) 弁 理 士 明

① 特開昭 52-66488

④ 公開日 昭 52. (1977) 6. 1

② 特願昭 50-141629

② 出願日 昭 50. (1977) 11. 28

審査請求 有 (全 3 頁)

庁内整理番号

2104 23
2104 23

⑤ 日本分類

113 A342
113 F129

⑤ Int. Cl²

G01N 27/62
H01J 89/34
G01N 21/08

識別
記号

明 細 書

発 明 の 名 称 ガスクロマトグラフ直結質量分析計

特許請求の範囲

複数成分からなる試料をガスクロマトグラフで各成分に分離した後、その各成分をイオン化させて質量スペクトルを得るガスクロマトグラフ直結質量分析計のキャビラリカラム用接続部に、レストリクタ作用を生ずる細管よりなる試料成分ガス流路を設けたことを特徴とするガスクロマトグラフ直結質量分析計。

発明の詳細な説明

本発明はガスクロマトグラフ直結質量分析計のキャビラリカラム用接続部分の改良に関する。

ガスクロマトグラフのキャビラリカラムによる測定では、インジェクションから注入された試料の大部分はキャビラリカラムと並列に接続された分割カラムに流れ、キャビラリカラムへは少量の量が流入する。したがってバックドカラムの場合の様なセパレータは用いず、試料の成分ガスは

インターフェイス部のキャビラリカラム用流路すなわちキャビラリカラム用接続部を通つて直接質量分析計イオン源部分へ送りこまれる。

従来の装置では前記キャビラリカラム用流路は第 1 図に示すようになっていた。第 1 図中 1 はキャビラリカラムのアダプタのナットが締結されるボルト、2 および 2 a は金パイプ、3 はガラス管、4 は質量分析計側のボルトに締結されるナット、5 はステンレス管である。キャビラリカラムにはガラスのケミカラムと、ステンレスのゴーレイカラムとがあるが、それらの接続法は互に異なっていた。第 2 図はカラムオープン部におけるケミカラムの接続図である。第 2 図中 6 はケミカラム、7 はシュリンクチューブ、8 はケミカラム接続用ガラス管、9 はアルミニウムワッペン、4 a は締結用ナット、5 a はステンレス管、図中 10 と総括された部分がケミカラムアダプタである。また第 2 図右端の 1、2 等は第 1 図に示したキャビラリカラム流路に示した物と同じである。ケミカラム 6 とケミカラム接続用ガラス管 8 とはシュリ

シリングチューブを加熱収縮させて連結される。第3図はゴーレイカラムの接続図である。第3図中11はゴーレイカラム、12はテフロンパッキン、4bはナット、1aはボルト、4cはナット、5bはステンレス管である。ゴーレイカラム11はテフロンパッキン12を介してナット4bによりボルト1aに締結される。図中13と総括された部分がゴーレイカラムアダプタである。また同図右側の1、2は第1図キャピラリカラム流路に示した物と同じである。前記の様な構造であるから従来の装置では、いずれの種類のキャピラリカラムの場合でも、キャピラリカラム交換に際し、質量分析計側の真空度を維持することはできないから装置の運転を停止しなければならない。そのため従来の装置ではキャピラリカラム交換開始から、再び装置が正常に使用できるようになるまで約2時間も要した。またケミカラムとゴーレイカラムとではアダプタがそれぞれ異なることも、カラム交換に不便であつた。

本発明は前述の従来の装置による場合の不便を

解消して簡便短時間にキャピラリカラムの交換が行えるようにすることを目的としている。

この目的を達成するために本発明においては、キャピラリカラムを使用する際のカラムクロマトグラフと質量分析計との接続部分に、十分細く十分長いレストリクタ作用をなす細管部を設け、該細管を通してキャピラリカラムのオープン部で試料が分離して生じた成分ガスを、カラムクロマトグラフから質量分析計イオン源部へ送りこむ構造とした。キャピラリカラム交換の際には該細管部のレストリクタ作用によつてカラムアダプタを外しても質量分析計側の真空度低下が防止されるので、質量分析計側の運転を続けながらキャピラリカラム交換ができることとなる。また同一のアダプタがケミカラムの接続にも、ゴーレイカラムの接続にも使用できるようにした。

第4図は本発明によるキャピラリカラム用流路の一実施例図である。第1図に示した従来のものと異なる点は、第1図の金パイプ2が、第4図の例では、内径0.25mm、外径1mm、長さ120mmの

細く長い金パイプ2bとなつたことで、他は第1図の物と同様である。また第5図は本発明によるケミカラム、ゴーレイカラム両用アダプタ14の実施例図で、同図中2cは内径0.25mm、外径1mm、長さ80mmの細長い金パイプ、4dは第4図左端のボルト1（第5図右端にも示す）に締結されるナット、5cはステンレス管である。金パイプ2cは、ケミカラム6（第2図）またはゴーレイカラム11（第3図）のいずれともシリングチューブ7を加熱収縮させることによつて連結される。キャピラリカラム交換時には、カラムオープン部の温度を下げ、それまで使用していたケミカラム6またはゴーレイカラム11をシリングチューブ7を切断して外す。この場合、金の細管部分2b（第4図）と2c（第5図）とでは長さは合計120+80=200mmあり、内径は0.25mmであつて十分レストリクタ作用をあらわすから、ガラス管3から右の質量分析計側の真空度は保たれ、稼働状態を維持できる。キャピラリカラムを使用しない時には、ケミカラム、ゴー

レイカラム両用アダプタ14を外し、第6図に示すように盲蓋15を第4図に示したキャピラリカラム用流路のボルト1にナット4でしめつけて該流路をふさぐ。この操作期間中もキャピラリカラム用流路（第4図）の金の細長いパイプ2bのレストリクタ作用で装置を稼働状態に維持できる。

以上の様に本発明によればカラムクロマトグラフのキャピラリカラムと質量分析計との接続部分にレストリクタ作用を生ずる細管よりなる試料成分ガス流路を設けたので、装置を稼働状態にしたまま、キャピラリカラム交換可能となり、また交換時の操作はカラムオープン部だけで済み、従来の様に装置全体の運転停止、再開などの面倒を手数は不要となつた。従来はカラム交換に2時間位必要であつたのが約15分間に短縮された。

図面の簡単な説明

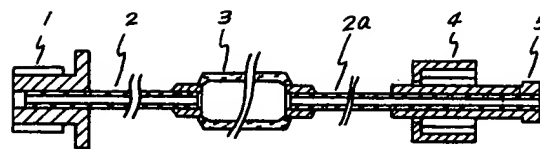
第1図は従来のキャピラリカラム用流路の断面図、第2図は従来のケミカラム接続部の断面図、第3図は従来のゴーレイカラム接続部の断面図、第4図は本発明によるキャピラリカラム用流路の

断面図。第5図は本発明によるケミカラム。ゴー
レイカラム両用アダプタによる接続部の断面図。
第6図はキャピラリカラム不使用時にキャピラリ
カラム用流路に盲蓋をする場合の断面図である。

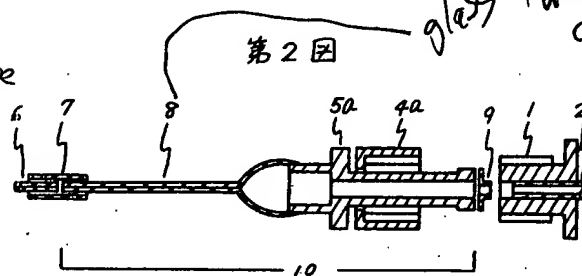
符 号 の 説 明

- 1 ボルト bolt
- 2 金パイプ gold pipe
- 2 a 金パイプ "
- 2 b 金の細長いパイプ long/narrow gold pipe
- 2 c 金の細長いパイプ "
- 3 ガラス管 glass tube
- 4 ナット nut
- 6 ケミカラム capillary column
- 7 シュリンクチューブ shrink tube
- 10 ケミカラムアダプタ capillary column adapter
- 11 ゴーレイカラム column
- 13 ゴーレイカラムアダプタ column adapter
- 14 ケミカラム、ゴーレイカラム両用アダプタ capillary column/column adapter
- 15 盲蓋 lid

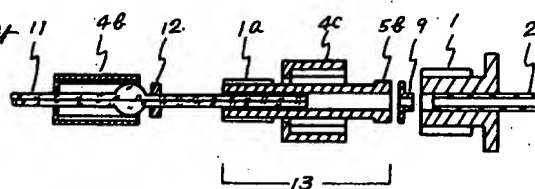
第1図



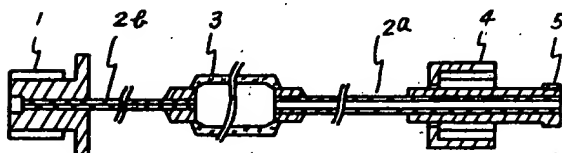
第2図



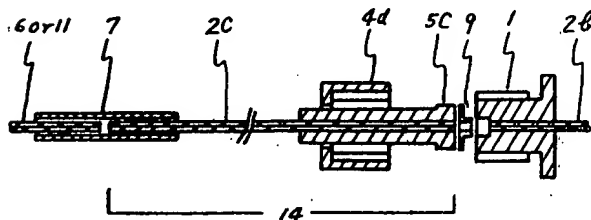
第3図



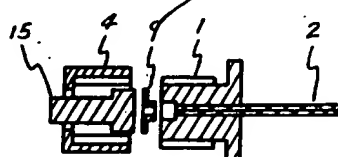
第4図



第5図



第6図



添附書類の目録

(1) 明 細 書	1通
(2) 図 面	1通
(3) 要 任 状	1通
(4) 特 許 願 制 本	1通
(5) 出願書改訂請求書	1通

前記以外の発明者、特許出願人または代理人

発 明 者

特 許 出 願 人

特 許 代 理 人